

1) Family number: 19635289 (GB663691 A)

Title: A process for the manufacture of methylchlorosilanes

Family: [family explorer](#)

| Publication number | Publication date | Application number | Application date | Links |
|--------------------|------------------|--------------------|------------------|---|
| DE842057 C | 19520623 | DE1950D006049 | 19500923 |   |
| FR999729 A | 19520204 | | 19491119 |   |
| GB663691 A | 19511227 | GB19490030753 | 19491130 |   |

Assignee(s): DOW CORNING ; DOW CORNING LTD

Inventor(s): CLARK HAROLD ARTHUR

International class (IPC 8): C07F7/12 (Advanced/Invention);
C07F7/00 (Core/Invention)

International class (IPC 1-7): C07F7/12

European class: C07F7/12M6

Abstract:

Source: GB663691A Methylchlorosilanes of the general formula (CH₃)_xSiCl_{4-x}, where x is 2 or 3, are prepared by heating a mixture of phenyldimethylchlorosilane and diphenyldichlorosilane and/or phenyltrichlorosilane in the presence of less than 50 per cent by weight of aluminium chloride based on the weight of chlorosilanes at a temperature of from 180 DEG to 250 DEG C. The preferred proportion of aluminium chloride is from 0.001 to 10 per cent by weight based on the weight of the total chlorosilanes. The phenyldimethylchlorosilane and the phenylchlorosilanes may be reacted in equimolecular proportions. Diphenyldichloro- and triphenylchlorosilanes are also obtained. A number of examples are given.

THIS PATENT (USPTO)

Erteilt auf Grund des Ersten Überleitungsgesetzes vom 8. Juli 1949
(WiGBL S. 175)

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM
23. JUNI 1952

DEUTSCHES PATENTAMT

PATENTSCHRIFT

Nr. 842 057

KLASSE 12 0 GRUPPE 26 03

D 6049 IV c / 12 0

Harold Arthur Clark, Midland, Mich. (V. St. A.)
ist als Erfinder genannt worden

Dow Corning Corporation, Midland, Mich. (V. St. A.)

Verfahren zur Herstellung von Dimethyldichlor- und Trimethylchlorsilan

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 23. September 1950 an

Patentanmeldung bekanntgemacht am 25. Oktober 1951

Patenterteilung bekanntgemacht am 8. Mai 1952

Die Priorität der Anmeldung in den V. St. v. Amerika vom 23. Februar 1949 ist in Anspruch genommen

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Dimethyldichlorsilan und Trimethylchlorsilan.

Bei der Herstellung von Phenylmethyldichlorsilan mit Hilfe der bekannten Grignard-Methode werden auch triorganosubstituierte Silane erhalten. Unter diesen Reaktionsprodukten befindet sich aber eine beträchtliche Menge von Phenyldimethylchlorsilan. Solche Triorganosilane werden zwar bei der Herstellung von Siloxanen verwendet, ihr Anwendungsbereich ist aber nicht so groß wie der der Diorganosilane. Es ist daher erwünscht, diese Triorganosilane in die gebräuchlicheren Diorganosilane umzuwandeln.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren, um Phenyldimethylchlorsilane in Methylchlorsilane umzuwandeln, vor allem die wirtschaftliche Herstellung von Dimethyldichlorsilan.

Erfindungsgemäß werden Phenyldimethylchlorsilan und ein Phenylchlorsilan der allgemeinen Formel $(C_6H_5)_xSiCl_{4-x}$, worin x einen Wert von 1 bis 2 darstellt, zusammen mit einer kleineren Menge Aluminiumchlorid bei einer Temperatur von 180 bis 250° erhitzt. Als Reaktionsprodukte werden Trimethylchlorsilan und Dimethyldichlorsilan erhalten.

Wird eine Mischung von Phenyldimethylchlorsilan und Phenyltrichlorsilan oder eine Mischung

von Phenyldimethylchlorsilan und Diphenyldichlorsilan oder ein Gemisch aus diesen drei Ausgangsstoffen zusammen unter den obengenannten Bedingungen mit Aluminiumchlorid erhitzt, so treten sie unter Bildung von Trimethylchlorsilan und Dimethyldichlorsilan miteinander in Reaktion. Der genaue Reaktionsvorgang ist noch nicht vollständig bekannt. Es hat jedoch den Anschein, daß das Diphenyldichlorsilan und das Phenyltrichlorsilan als Phenylempfänger und Chlorspender fungieren. Im Laufe der Reaktion wird eine Phenylgruppe von dem Phenyldimethylchlorsilan an das Phenyltrichlorsilan oder an das Diphenyldichlorsilan abgegeben, wodurch Diphenyldichlorsilan bzw. Triphenylchlorsilan entsteht. Diese Produkte sowie das Aluminiumchlorid bleiben nach Entfernung der Methylchlorsilane als Rückstand übrig.

Die erfindungsgemäß zur Anwendung gelangende Menge Aluminiumchlorid beträgt weniger als 50%. Es stellt jedoch keinen Vorteil dar, mehr als 10 Gewichtsprozent an Aluminiumchlorid, bezogen auf die Gesamtmenge der Silane, zu verwenden. Vorzugsweise wird der Katalysator in einer Menge von 0,001 bis 10 Gewichtsprozent verwendet.

Die Reaktion des Phenyldimethylchlorsilans in Gegenwart von Aluminiumchlorid findet bei Temperaturen zwischen 180 und 250° statt. Kommen höhere Temperaturen zur Anwendung, so beginnt ein Teil der Phenylsilane unter Bildung von Phenylenpolymeren zu kondensieren. Dadurch wird die Ausbeute an den gewünschten Methylchlorsilanen verringert. Es ist aus diesem Grunde zweckmäßig, mit Temperaturen zwischen 180 und 210° bei Normaldruck zu arbeiten.

Das Mengenverhältnis der zur Reaktion gelangenden Chlorsilane spielt keine große Rolle. Trotzdem ist es zweckmäßig, das Phenyldimethylchlorsilan und das Phenylchlorsilan in äquimolaren Mengen in Reaktion zu bringen. Werden äquimolare Mengen an Silanen verwendet, dann kann mit einer besonders günstigen Ausbeute an den gewünschten Methylchlorsilanen gerechnet werden.

Die Reaktion kann mit Hilfe jeder geeigneten Vorrichtung, z. B. in einem Destillierkessel, ohne weiteres durchgeführt werden. Die Methylchlor-

silane können abdestilliert und gesammelt werden, wobei die weniger flüchtigen Phenylchlorsilane als Rückstand verbleiben.

Der Anwendungsbereich der erfindungsgemäß als Reaktionsprodukte gewonnenen Methylchlorsilane ist hinreichend bekannt.

Die folgenden, die Erfindung beschreibenden Beispiele sollen der näheren Erläuterung dienen:

Beispiel 1

Eine Mischung aus 136,5 g Phenyltrichlorsilan, 120,5 g Phenyldimethylchlorsilan und 2,5 g Aluminiumchlorid wird in einen Destillierkessel gegeben und bei Normaldruck 24 Stunden lang erhitzt, wobei die Temperatur im Kessel 200 bis 253° beträgt. Während dieser Zeit wird ein Destillat bei einer Dampftemperatur zwischen 50 und 73° erhalten. Dieses Destillat wird nochmals destilliert, wobei gefunden wird, daß es 33 g Trimethylchlorsilan, Kp: 57°, und 36,6 g Dimethyldichlorsilan, Kp: 70°, enthält.

Beispiel 2

Eine äquimolare Mischung von Phenyldimethylchlorsilan und Diphenyldichlorsilan wird in einen Destillierkessel unter Zufügung von 2 Gewichtsprozent Aluminiumchlorid gegeben. Die Mischung wird daraufhin 24 Stunden lang erhitzt, wobei die Temperatur im Kessel bei Normaldruck 180 bis 200° beträgt. Ein Destillat wird erhalten, das aus Dimethyldichlorsilan und Trimethylchlorsilan besteht. Der Rückstand enthält Triphenylchlorsilan.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Herstellung von Dimethyldichlor- und Trimethylchlorsilan, dadurch gekennzeichnet, daß man Phenyldimethylchlorsilan und Diphenyldichlorsilan und/oder Phenyltrichlorsilan, vorzugsweise in äquimolaren Mengen, in Gegenwart von kleineren Mengen Aluminiumchlorid auf eine Temperatur von 180 bis 250° erhitzt, wobei das Aluminiumchlorid vorteilhaft in Mengen von 0,001 bis 10 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Chlorsilane, angewandt wird.